

7

POWERED BY Dialog

**Thin porous layer with open porosity used as filter material, catalyst, membrane reactor, friction material, filter candle and/or filter tube is produced from mixture comprising sinterable powder with prescribed size distribution**

**Patent Assignee:** GKN SINTER METALS GMBH; KUHSTOSS A; NEUMANN P; ROTHIG T

**Inventors:** KUHSTOSS A; NEUMANN P; ROETHIG T; ROTHIG T

### Patent Family

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
DE 19963698	A1	20010712	DE 1063698	A	19991229	200147	B
WO 200149440	A1	20010712	WO 2000EP9422	A	20000927	200147	
AU 200077833	A	20010716	AU 200077833	A	20000927	200169	
BR 200016850	A	20021008	BR 200016850	A	20000927	200277	
			WO 2000EP9422	A	20000927		
EP 1251987	A1	20021030	EP 2000967798	A	20000927	200279	
			WO 2000EP9422	A	20000927		
US 20020195188	A1	20021226	WO 2000EP9422	A	20000927	200304	
			US 2002186601	A	20020701		
EP 1251987	B1	20030625	EP 2000967798	A	20000927	200349	
			WO 2000EP9422	A	20000927		
CN 1414891	A	20030430	CN 2000818015	A	20000927	200351	
DE 50002689	G	20030731	DE 502689	A	20000927	200353	
			EP 2000967798	A	20000927		
			WO 2000EP9422	A	20000927		

**Priority Applications (Number Kind Date):** DE 1063698 A ( 19991229)

### Patent Details

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
DE 19963698	A1		4	B01D-039/20	
WO 200149440	A1	G		B22F-003/22	
Designated States (National): AU BA BG BR BY CA CN CZ DE HR HU ID IL IN JP KP MK MX NO NZ PL RO RU SG SI SK TR US YU ZA					
Designated States (Regional): AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE					
AU 200077833	A			B22F-003/22	Based on patent WO 200149440
BR 200016850	A			B22F-003/22	Based on patent WO 200149440
EP 1251987	A1	G		B22F-003/22	Based on patent WO 200149440

Designated States (Regional): AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC MK NL PT RO SE SI					
US 20020195188	A1			C03B-029/00	Cont of application WO 2000EP9422
EP 1251987	B1	G		B22F-003/22	Based on patent WO 200149440
Designated States (Regional): AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE					
CN 1414891	A			B22F-003/22	
DE 50002689	G			B22F-003/22	Based on patent EP 1251987
					Based on patent WO 200149440

**Abstract:**

DE 19963698 A1

**NOVELTY** Thin porous layer with open porosity is produced from a mixture comprising a sinterable powder with a prescribed size distribution of powder particles. The sintered layer has a thickness which corresponds to three times the average diameter of the inserted powder particles, a defined pore diameter of 0.01-50 µm and a tensile strength of 5-500 N/mm<sup>2</sup>.

**DETAILED DESCRIPTION** An **INDEPENDENT CLAIM** is also included for a process for the production of a thin porous layer with open porosity comprising suspending the sinterable powder as pore former in a carrier liquid; applying in a layer on the carrier body; drying and sintering the green layer formed.

**Preferred Features:** The layer has a maximum thickness of 500 micron and is self-supporting with a bubble point pressure in the region of  $8 \times 10^6$  to  $2 \times 10^3$  Pa. The mixture comprises inorganic and/or organic pore formers.

**USE** Used as filter material, catalyst, membrane reactor, friction material, filter candle and/or filter tube (claimed).

**ADVANTAGE** The layer has high strength.

pp; 4 DwgNo 0/0

Derwent World Patents Index

© 2003 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 13949784



⑮ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 199 63 698 A 1**

⑤① Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**B 01 D 39/20**  
B 22 F 3/11  
C 04 B 35/00

⑳ Aktenzeichen: 199 63 698.2  
㉔ Anmeldetag: 29. 12. 1999  
㉕ Offenlegungstag: 12. 7. 2001

**DE 199 63 698 A 1**

⑦① Anmelder:  
GKN Sinter Metals GmbH, 42477 Radevormwald,  
DE  
  
⑦④ Vertreter:  
Patentanwälte Maxton & Langmaack, 50968 Köln

⑦② Erfinder:  
Kuhstoß, Andreas, 42899 Remscheid, DE; Röthig,  
Thomas, Dr., 58332 Schwelm, DE; Neumann, Peter,  
42857 Remscheid, DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:  
DE 197 26 961 C1  
DE 197 58 454 A1  
GB 20 25 835 A  
EP 05 25 325 B1

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ **Dünne poröse Schicht mit offener Porosität und Verfahren zu ihrer Herstellung**

⑤⑦ Die Erfindung schlägt zur Lösung der Aufgabe, eine dünne poröse Schicht zu schaffen, die eine definierte Porosität bei gleichzeitig hoher Festigkeit aufweist, eine derartige Schicht mit offener Porosität vor, hergestellt aus einem Gemisch, umfassend ein sinterfähiges Pulver mit einer vorgebbaren Größenverteilung der Pulverpartikel, wobei die gesinterte Schicht eine Dicke, die mindestens etwa dem dreifachen mittleren Durchmesser der eingesetzten Pulverpartikel entspricht, einen Porendurchmesser in einem Bereich von 0,01 bis 50 µm und eine Zugfestigkeit in einem Bereich von etwa 5 bis 500 N/mm<sup>2</sup> aufweist. Weiterhin schlägt die Erfindung ein Verfahren zur Herstellung einer derartigen dünnen porösen Schicht mit offener Porosität vor.

**DE 199 63 698 A 1**

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine dünne poröse Schicht mit offener Porosität, hergestellt aus einem Gemisch umfassend sinterfähiges Pulver, sowie ein Verfahren zu ihrer Herstellung.

In der Technik werden für die vielfältigsten Anwendungszwecke poröse Körper benötigt, die von einem strömenden Medium durchströmt werden, wobei entweder reaktive Vorgänge unterstützt werden sollen oder aber im strömungsfähigen Medium enthaltene Feststoffteilchen zurückgehalten, d. h. ausgefiltert werden sollen. Filterkörper aus keramischem Material müssen im allgemeinen wegen der Bruchgefahr relativ dick ausgebildet werden. Der Verwendung von Kunststoffen als Filtermaterial sind üblicherweise Grenzen gesetzt durch die geringe Festigkeit und die geringe Temperaturbeständigkeit. Eine Verwendung von metallischen Werkstoffen als poröse Schicht ist bekannt in Form von aus Metallfasern hergestellten Geweben oder Vliesen. Auch Filterkörper aus gepreßten und gesinterten Metallpulvern sind aus herstellungstechnischen Gründen verhältnismäßig dick. Wesentlicher Grund dafür, daß derartige Filterkörper relativ dick ausgebildet werden müssen, ist, daß diese die notwendige Festigkeit, insbesondere im Hinblick auf die Werte der Zug- und Scherfestigkeit, nicht aufweisen. Wegen der nicht zu vermindern Dicke treten, besonders bei feinporigem Material, entsprechend große Strömungswiderstände auf.

Bei einer derartigen, von einem Medium durchströmten porösen Schicht besteht unabhängig vom verwendeten Material das Bedürfnis, unerwünschte Strömungswiderstände zu minimieren, so daß möglichst dünne Schichtdicken anzustreben sind, sowie diesen Schichten eine ausreichende Festigkeit zu geben. Aus metallischem Gewebe oder Vlies lassen sich zwar entsprechend dünne Schichten, beispielsweise in einer Dicke von etwa 100 µm, herstellen. Diese sind jedoch wenig fest, weisen verhältnismäßig große Poren und hinsichtlich der Porosität große Toleranzen auf. Da zur Herstellung derartiger Gewebe und Vliese entsprechend dünne und daher auch teure Drähte verwendet werden müssen, sind die hieraus hergestellten Gewebe und Vliese entsprechend teuer.

Aus EP 0 525 325 B1 ist ein Verfahren zum Herstellen von porösen, metallischen Sinterwerkstücken bekannt, bei dem zunächst ein Metallpulver in einer Trägerflüssigkeit suspendiert wird, die aus einem in einem Lösemittel aufgelösten Bindemittel besteht und die so eingestellt ist, daß die Suspension gießfähig ist. Diese Suspension wird in eine Form gegossen. Anschließend wird das Lösemittel abgedampft, so daß durch das verbleibende Bindemittel das Metallpulver in der durch die Form vorgegebenen Geometrie verfestigt wird und einen handhabbaren Grünkörper bildet. Nach dem Trennen aus der Form wird der Grünkörper in üblicher Weise gesintert. Dieses vorbekannte Verfahren ist vorzugsweise zur Herstellung von verhältnismäßig dickwandigen Sinterteilen vorgesehen, die sich aufgrund ihrer Geometrie besser durch einen Gießvorgang als im herkömmlichen Verfahren durch ein Pressen eines Metallpulvers in eine Form herstellen lassen. Dünnschichtige, offene, poröse Teile lassen sich mit diesem Verfahren nicht herstellen. Mittels dieses Verfahrens hergestellte dünne Schichten sind brüchig, sie weisen keine ausreichenden Festigkeiten auf.

Der Erfindung liegt nun die Aufgabe zugrunde, eine dünne poröse Schicht sowie ein Verfahren zur deren Herstellung zu schaffen, die eine definierte Porosität und ausreichende Festigkeit aufweist.

Diese Aufgabe wird durch eine dünne poröse Schicht mit offener Porosität gelöst, welche hergestellt ist aus einem Gemisch umfassend ein sinterfähiges Pulver mit einer vorge-

gebenen Größenverteilung der Pulverpartikel, wobei die gesinterte Schicht eine Dicke, die mindestens etwa dem dreifachen mittleren Durchmesser der eingesetzten Pulverpartikel entspricht, wobei vorzugsweise die Dicke in einem Bereich von etwa dem 3- bis 25-fachen, weiter bevorzugt dem 3- bis 10-fachen des Durchmessers der Pulverpartikel liegt, einen definierten Porendurchmesser in einem Bereich von etwa 0,01 bis 50 µm und eine Zugfestigkeit in einem Bereich von etwa 5 bis 500 N/mm<sup>2</sup>, bevorzugt 20 bis 400 N/mm<sup>2</sup>, weiter bevorzugt 50 bis 300 N/mm<sup>2</sup>, gemessen in Anlehnung an DIN EN 10002, aufweist.

Unter sinterfähigen Pulvern im Sinne der Erfindung werden Pulver verstanden, hergestellt aus Metallen, Metalloxyden, Keramiken und/oder Kunststoffen. Verwendbare metallische Pulver im Sinne der Erfindung sind nicht nur Pulver aus reinen Metallen, sondern auch Pulver aus Metallegierungen und/oder Pulvermischungen aus unterschiedlichen Metallen und Metallegierungen zu verstehen. Dazu gehören insbesondere Stähle, vorzugsweise Chrom-Nickel-Stähle, Bronzen, Nickelbasislegierungen wie Hastalloy, Inconel oder dergleichen, wobei Pulvermischungen auch hochschmelzende Bestandteile enthalten können, wie beispielsweise Platin oder dergleichen. Das verwendete Metallpulver und seine Teilchengröße ist vom jeweiligen Einsatzzweck abhängig. Bevorzugte Pulver sind die Legierungen 316 L, 304 L, Inconel 600, Inconel 625, Monel und Hastalloy B, X und C.

Durch das genannte Verhältnis zwischen der Schichtdicke und dem Partikeldurchmesser ist sichergestellt, daß immer mehrere Lagen von Partikeln übereinander angeordnet sind und durchgehende Löcher, die größer als der gewünschte Porendurchmesser sind, vermieden werden. Durchgehende Löcher können hierdurch vermieden werden. Die Korngröße und damit der Durchmesser der einsetzbaren Pulverpartikel liegt in einem Bereich von 0,05 µm bis 150 µm, vorzugsweise in einem Bereich von etwa 0,5 µm bis 100 µm, noch mehr bevorzugt in einem Bereich von 0,5 µm bis 6 µm.

Hierdurch werden vorteilhafterweise Inhomogenitäten und Hohlräume in der dünnen porösen Schicht vermieden. Es ist also möglich, die Größe der Porosität bis zu einem gewissen Grad über die Teilchengröße des eingesetzten sinterfähigen Pulvers zu beeinflussen.

Vorzugsweise beträgt die Dicke der erfindungsgemäßen Schicht maximal etwa 500 µm, bevorzugt liegt sie in einem Bereich von etwa 5 bis 300 µm, noch mehr bevorzugt 5 bis 18 µm. Derart dünne Schichten mit ausreichender Festigkeit waren bislang nicht herstellbar. Die erfindungsgemäße Schicht weist vorteilhafter Weise sowohl ausgesprochen geringe Strömungswiderstände bei Durchströmung derselben mit flüssigen oder gasförmigen Medien als auch eine dabei ausreichend hohe Festigkeit bzw. Steifheit auf. Es kann vorgesehen sein, die erfindungsgemäße Schicht ohne einen Trägerkörper als Folien oder Membran einzusetzen oder aber fest mit einem Trägerkörper zu verbinden. Die erfindungsgemäße Schicht paßt sich vorteilhafterweise aufgrund ihrer noch vorhandenen Flexibilität auch einer unebenen, beispielsweise gekrümmten Auflage hervorragend an.

In einer bevorzugten Ausführungsform ist die dünne poröse Schicht selbsttragend. Selbsttragend im Sinne der Erfindung bedeutet, daß die erfindungsgemäße Schicht ohne jeglichen Trägerkörper verwendet werden kann und dabei nicht bricht oder brüchig wird. So ist es beispielsweise möglich, Folienblätter herzustellen und diese in mehreren Schichten übereinandergelegt und gegebenenfalls auf die Anwendungsbedürfnisse zugeschnitten zu verwenden. Durch die selbsttragenden Eigenschaften der erfindungsgemäßen Folie ist es vorteilhafterweise möglich, erfindungsgemäße Schichten als Filter- bzw. Katalysatormaterialien

dort einzusetzen, wo bisher beispielsweise papierähnliche Materialien verwendet wurden. Denn die erfindungsgemäßen dünnen porösen Schichten aus sinterfähigen Pulvern sind bekannten Schichten aus Papier bzw. papierähnlichen Materialien für ähnliche Anwendungen insoweit überlegen, als sie deutlich höhere Standzeiten, bessere Rückspüleigenschaften und einen erweiterten Anwendungsbereich, insbesondere im Hinblick auf die möglichen Temperaturen und pH-Werte, aufweisen.

Bevorzugt liegt der Bubbel-Point Druck der erfindungsgemäßen Schicht in einem Bereich von etwa  $8 \times 10^6$  bis  $2 \times 10^3$  Pa, besonders bevorzugt in einem Bereich von etwa  $8,6 \times 10^6$  bis  $1,72 \times 10^3$  Pa, ermittelt nach DIN 30911.

In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung umfaßt das Gemisch, aus welchem die dünne poröse Schicht hergestellt ist, anorganische und/oder organische Porenbildner. Hierzu eignen sich insbesondere Harnstoffe, die in kristalliner Form und damit in definierten Teilchengrößen vorliegen. Jedoch ist es auch möglich, Ammoniumcarbonat sowie andere anorganische Salze zu verwenden. Als organische Porenbildner kommen insbesondere Styropor, Saccharose, Gelatinen und Tapetenkleister in Frage. Aber auch bereits im Stand der Technik bekannte Bindemittel oder Wachse, die insbesondere als Hilfsstoffe zur Verringerung der Reibung in den jeweiligen Werkzeugen in der Pulvermetallurgie verwendet werden, können Verwendung finden. Diese Bindemittel und Wachse werden jedoch nicht in den üblich niedrigen Konzentrationen verwendet, sondern sind in dem Gemisch zur Herstellung der dünnen porösen Schicht in einem Anteil von mindestens etwa 5 Vol.-%, vorzugsweise mehr als 12 Vol.-% vorhanden. Die Porenbildner können sowohl in definierter Partikelform und -größe vorliegen als auch als Lösung bzw. gelöst in einem zu verwendeten Lösemittel. Bevorzugt liegen die Porenbildner jedoch in definierter Partikelform und -größe vor.

Die Porenbildner lassen sich in zwei unterschiedliche Gruppen aufteilen, nämlich einerseits in eine Gruppe derjenigen Porenbildner, die dem zu sinternden Gemisch als Platzhalter für die späteren Feinstporen dienen. Die andere Gruppe bilden diejenigen Porenbildner, welche als Füllstoff benutzt werden, üblicherweise um eine hohe Porosität zu erzielen. Im ersten genannten Fall, in welchem die Porenbildner als Platzhalter fungieren, werden die Porenbildner in einer Partikelgröße (Korngröße) verwendet, welche etwa in dem Größenbereich liegt, den die in der dünnen porösen Schicht beinhaltenen Feinstporen aufweisen sollen. Ist zum Beispiel Ziel, Feinstporen in einem Bereich von  $1 \mu\text{m}$  zu erzielen, so dürfen die Porenbildner nicht wesentlich über bzw. unter  $1 \mu\text{m}$  groß sein. Hierdurch wird sichergestellt, daß trotz des beim Sintern des Gemisches zu der dünnen porösen Schicht auftretenden Schrumpfvorganges, der jedoch eingerechnet werden kann, die gewünschten Porengrößen erreicht werden. Die Verwendung von Porenbildnern als Füllstoff ist insbesondere dann empfehlenswert, wenn erfindungsgemäße dünne poröse Schichten mit niedrigen Dichten und einem extrem hohen Durchfluß erhalten werden sollen. Gemäß der Erfindung ist es auch möglich, als Porenbildner Gemische, insbesondere der vorgenannten Substanzen, auch unterschiedlicher Dichte und/oder Größe zu verwenden. Insbesondere sind auch Kombinationen von Porenbildnern im Gemisch gemäß der Erfindung vorgesehen, in welchem die Porenbildner sowohl als Platzhalter als auch als Füllstoff dienen.

Das in dem Gemisch enthaltene sinterfähige Pulver besteht aus kugelförmigen und/oder spratzigen Partikeln. Bei der Verwendung von kugelförmigen Pulverteilchen ist eine gleichmäßige Verteilung des sinterbaren Pulvers sowie der gegebenenfalls weiterhin in dem Gemisch vorhandenen

Substanzen, insbesondere Porenbildnern, gewährleistet, daß Verhakungen der sinterfähigen Pulverpartikel nicht gegeben sind. Spratzige sinterfähige Pulver ermöglichen andererseits, erfindungsgemäße Schichten niedriger Dichte und mit relativ großen Poren zu erhalten bei gleichzeitiger hoher Festigkeit, da diese spratzigen Partikel mehr und damit festere Bindungen zu benachbarten spratzigen Partikeln ausbilden als dies der Fall bei Verwendung von kugelförmigen Partikeln ist. Es ist vorgesehen, daß das sinterfähige Pulver zumindest teilweise aus Kurzfasern besteht. Hier kommen vorzugsweise Metallfasern in Betracht, die mit Durchmessern zwischen  $0,1$  und  $250 \mu\text{m}$ , bevorzugt  $1 \mu\text{m}$  bis  $50 \mu\text{m}$ , und in einer Länge von wenigen  $\mu\text{m}$  bis zur Millimetergröße, bevorzugt in einem Bereich von  $0,1$  bis  $500 \mu\text{m}$ , zur Verfügung stehen, wobei durch Mischung von sinterbaren Partikeln in Faserstruktur mit sinterbaren Partikeln in Kugelstruktur in Verbindung mit den suspendierten Porenbildnern sich je nach dem geforderten Einsatzzweck sehr dünne gesinterte offenporige Schichten mit definierter Porosität herstellen lassen. Es läßt sich auf diese Weise die Permeabilität der Schicht erhöhen.

In einer weiteren Ausführungsform weist die erfindungsgemäße Schicht einen gradierten Aufbau auf. Dies bedeutet, daß in einer einzelnen dünnen porösen Schicht auf einer Seite derselben kleinere Poren vorliegen als auf der dieser Seite entgegengesetzten weiteren Seite der porösen Schicht. Durch einen gradierten Aufbau kann der Strömungswiderstand der dünnporigen Schicht exakt auf die benötigten Bedürfnisse abgestellt werden. Dadurch, daß auf der Seite der erfindungsgemäßen Schicht mit dem kleineren Porendurchmesser die eindringenden Partikel zurückgehalten werden, das durchströmende Gas oder die durchströmende Flüssigkeit bei Durchströmen jedoch im Bereich der größeren Porendurchmesser auf der entgegengesetzten Seite der Schicht diese leichter durchströmt, weisen derartige gradierte Schichten vorteilhafterweise im Vergleich zu nichtgradierten Schichten deutlich reduzierte Strömungswiderstände auf. Bevorzugt ist ein gradiertem Aufbau in einer einzigen Schichtlage. Hierdurch werden Produktionszeiten und -kosten eingespart. Darüber hinaus ergeben sich keine Ablöse- bzw. Verbindungsprobleme, beispielsweise bei Alterung, wie Undichtigkeiten.

Weiterhin betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Herstellung einer dünnen porösen Schicht mit offener Porosität, bei dem das sinterfähige Pulver mit einer vorgegebenen Größenverteilung der Pulverpartikel zusammen mit Partikeln vorgegebener Größe als Porenbildner in einer Trägerflüssigkeit suspendiert wird, die in wenigstens einer Schicht auf den Trägerkörper aufgebracht, getrocknet und die so gebildete Grünschlicht gesintert wird. Beim Sintern einer aus einem sinterfähigen Pulver, vorzugsweise einem Metallpulver, gebildeten Grünschlicht verbinden sich die einzelnen Pulverteilchen fest miteinander, wobei zwischen den Pulverteilchen Freiräume verbleiben, die in bezug auf die Dicke der gesinterten Schicht eine offene Porosität ergeben, so daß die Schicht für strömende Medien durchlässig wird.

Nach dem Sinterprozeß kann die Schicht entweder vom Träger abgenommen werden, oder sie wird zusammen mit diesem weiterverarbeitet. Insbesondere aufgrund der nach dem Sinterschritt zwischen dem Trägerkörper und der Schicht erzielbaren festen Verbindung, soweit der Trägerkörper Verbindungen mit dem sinterfähigen Pulver einzugehen vermag, wobei die Haftung noch durch Einsatz von besonders hoch sinteraktiven metallischen Komponenten um das 3- bis 8-fache verbessert werden kann, lassen sich beispielsweise Filterkerzen auf einfache Art und Weise in einem einzigen Verfahrensschritt, also ohne erst getrennt die gesinterte Schicht ohne Trägerkörper herzustellen und erst

dann auf eine Filterkerze aufzubringen, herstellen.

Es besteht eine Abhängigkeit zwischen der Teilchengröße einerseits und der erzielbaren Porengröße der fertig gesinterten Schicht andererseits. Darüber hinaus ist auch die mechanische Festigkeit einer porösen gesinterten Schicht von der Teilchengröße abhängig und zwar in der Weise, daß die mechanischen Festigkeitseigenschaften größer werden, je feiner die verwendeten Pulverteilchen sind. Da der Durchflußwiderstand je nach Medium (flüssig oder gasförmig) auch von der Dicke der fertig gesinterten Schicht abhängig ist, ergibt sich somit Problem, daß poröse Schichten mit größeren Porengrößen eine geringere mechanische Festigkeit aufweisen, als eine poröse Schicht gleicher Dicke mit nur kleiner Porengröße, so daß dies bei großer Porengröße nur durch eine Erhöhung der Schichtdicke und damit einer Erhöhung des Durchflußwiderstandes ausgeglichen werden kann.

Dieses Problem kann nun mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens dadurch gelöst werden, daß die sinterbaren Pulver zusammen mit Partikeln vorgegebbarer Größe bzw. Größenverteilung als Porenbildner in der Trägerflüssigkeit suspendiert werden, die dann in wenigstens einer Schicht auf den Trägerkörper aufgebracht, getrocknet und gesintert werden. In einem weiteren Verfahrensschritt kann dann die gesinterte Schicht vom Trägerkörper abgenommen werden oder aber es kann vorgesehen sein, daß der Trägerkörper mit der gesinterten Schicht, beispielsweise durch den Sinterprozeß selbst, fest verbunden ist. Durch die Zugabe der Porenbildner ist es möglich eine definierte Porengröße zu erzielen. Da durch die in der Suspension und damit entsprechend in der aufgetragenen dünnen Schicht verteilten Partikel des sinterbaren Pulvers und die Porenbildner sich nur in Form einer Gitterstruktur berühren können, ist es möglich, über die Größe oder aber auch Größenverteilung der Porenbildner praktisch unabhängig von der Größe und Größenverteilung des sinterbaren Pulvers eine definierte Porenstruktur vorzugeben. Das bedeutet aber auch, daß Größe und Größenverteilung des sinterbaren Pulvers ausschließlich und gezielt im Hinblick auf die mechanische Festigkeit ausgewählt werden können, also sehr feinteilige Sinterpulver eingesetzt werden können, während die Porenbildner gezielt im Hinblick auf die gewünschte Porosität ausgewählt werden.

Da sowohl das sinterfähige Pulver, bevorzugt Metallpulver, als auch die Porenbildner in einer Trägerflüssigkeit suspendiert werden, gelingt es trotz unterschiedlicher Dichte der Materialien und bei entsprechender Konsistenz der Suspension für die Porenbildner auch Teilchen aus Materialien mit geringerer Dichte als den Stoffen des sinterfähigen Pulvers gleichmäßig verteilt zu suspendieren und so eine Schicht auf einen Trägerkörper auszutragen, in der als Porenbildner vorgesehene Partikel entsprechend gleichmäßig verteilt sind.

Werden als Porenbildner Materialien verwendet, die als Platzhalter dienen, müssen diese unter Hitzeeinwirkung, d. h. beim Sinterprozeß, vorzugsweise rückstandslos verdampfen und gegenüber dem Material des sinterbaren Pulvers auch bei Sintertemperaturen inert bleiben, so daß hier keine chemischen Reaktionen zwischen dem Material der Porenbildner und dem sinterfähigen Material, in der Regel einem Metall, auftreten.

Als Trägerflüssigkeit können insbesondere bei Temperaturen unter 100°C verdampfbare Lösemittel wie Ethanol, Methanol, Toluol, Trichlorethylen, Diethylether sowie niedermolekulare Aldehyde und Ketone Verwendung finden. Als Bindemittel können Wachse, Schellack, aber auch insbesondere polymere Verbindungen eingesetzt werden, wobei bevorzugt Polyalkylenoxide oder Polyglykole, insbesondere Polyethylenglykole Verwendung finden. Polyalkylen-

oxide und -glykole werden vorzugsweise als Polymere und/oder Copolymere mit mittleren Molekulargewichten in einem Bereich 100 bis 500.000 g/mol, bevorzugt 1.000 bis 350.000 g/mol, noch mehr bevorzugt 5.000 bis 6.500 g/mol, verwendet.

In weiterer Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist vorgesehen, daß der Anteil an Porenbildnern in der Suspension in etwa dem vorgegebenen Porenvolumen der zu erzeugenden porösen Schicht entspricht. Damit ist es möglich, beispielsweise bei einem sehr feinen und damit hoch sinteraktiven sinterbaren Pulver über volumetrische Vorgaben bei Kenntnis der Größe der Teilchen der Porenbildner eine definierte Porosität der zu erzeugenden porösen Schicht vorzugeben.

Die über die Trägerflüssigkeit einzustellende Konsistenz der Suspension richtet sich im wesentlichen danach, wie die Suspension auf den Trägerkörper aufgetragen wird. Bei einem Gießen, gegebenenfalls mit nachfolgendem Abstreichen eines Überschusses von der gegossenen Suspensionschicht, kann die Suspension in einer dickflüssigen Konsistenz eingestellt werden. Bei einem sogenannten Foliengießen oder einem Aufsprühen muß eine dünnflüssige Konsistenz vorgegeben werden. Die Trägerflüssigkeit kann durch ein mit einem verdampfbaren Lösemittel verflüssigten Bindemittel gebildet werden. Hierdurch ist sichergestellt, daß die Grünsicht infolge der Haftung der einzelnen Pulverteilchen untereinander über das Bindemittel eine ausreichende Festigkeit aufweist.

In weiterer vorteilhafter Ausgestaltung der Erfindung wird zur Erreichung eines gradierten Ausbaus der Schicht eine Suspension verwendet, welche im Lösemittel suspendierte Porenbildner unterschiedlicher Dichte und/oder Größe umfaßt. Hierdurch stellt sich bei der Aufgabe der Suspension auf den Trägerkörper ein Gleichgewicht innerhalb der Schicht ein, gemäß welchem die leichteren Partikel des Porenbildners sich im oberen Bereich der Schicht ansammeln, wohingegen die schwereren Partikel des Porenbildners sich eher auf der dem Trägerkörper zugewandten Seite der entstehenden Schicht ansammeln. Selbstverständlich wird dieses Gleichgewicht beeinflusst durch die Korngröße des eingesetzten sinterfähigen Pulvers. Werden nun beispielsweise als Porenbildner Partikel aus einem Material mit unterschiedlicher Größe in der Suspension verwendet, so weist die fertiggesinterte Schicht einen Gradienten hinsichtlich des Porendurchmessers derselben auf. Dies ist insbesondere vorteilhaft, da dadurch der Strömungswiderstand weiter herabgesetzt werden kann.

In besonders zweckmäßiger Ausgestaltung ist vorgesehen, daß die Suspension in mehreren dünnen Teilschichten nacheinander auf den Trägerkörper aufgebracht wird. Hierbei können die einzelnen Teilschichten jeweils aus einer identischen Suspension aufgebaut werden. Es ist möglich, für die einzelnen Teilschichten jeweils Suspensionen mit unterschiedlichen Größenverteilungen für das verwendete Pulver und/oder unterschiedliche Teilchengemetrien und/oder unterschiedliche Pulver zu verwenden. Dies erlaubt es beispielsweise, einerseits Pulver zu verwenden, die der fertiggesinterten Schicht eine besonders gute Porosität geben, andererseits ist es auch möglich, wenigstens eine Schicht herzustellen, die in ihrer Zusammensetzung für den Anwendungszweck besonders günstige, beispielsweise katalytische Eigenschaften aufweist.

Zweckmäßig ist es, wenn die jeweils aufgebrachte Teilschicht vor dem Aufbringen der nächsten Teilschicht zumindest angetrocknet wird. Hierdurch ist sichergestellt, daß die zunächst aufgebrachte Teilschicht genügend verfestigt ist, so daß sie durch das Aufbringungsverfahren, beispielsweise durch ein Aufsprühen der nächsten Teilschicht, nicht defor-

miert wird. Andererseits ist durch den verbleibenden Lösemittelanteil in der zuvor aufgetragenen, angetrockneten Teilschicht sichergestellt, daß auch die nächstfolgende Teilschicht zuverlässig und mit gleicher Packungsdichte angebunden wird und die fertige Grünschlacht die gewünschte Festigkeit aufweist.

In einer anderen Ausgestaltung der Erfindung ist vorgesehen, daß die jeweilige Teilschicht vor dem Aufbringen der nächsten Teilschicht gesintert wird. Dieses Verfahren ist insbesondere dann vorteilhaft, wenn bei einem mehrschichtigen Aufbau Pulver aus unterschiedlichen gesinterten Materialien eingesetzt werden, die beispielsweise stark divergierende Sintertemperaturen benötigen. Dadurch ist es möglich, daß zunächst die Teilschicht auf dem Trägerkörper aufgebracht wird, die das Pulver mit der höchsten Sintertemperatur enthält, und nach dem Sintern der ersten Schicht in entsprechender Reihenfolge die nächstfolgenden Teilschichten mit den jeweiligen niedrigeren Sintertemperaturen aufgebracht und gesintert werden können. Dies hat den Vorteil, daß durch die einzelnen Sinterschritte die gewünschte Porosität der einzelnen Teilschichten erhalten bleibt, die verloren ginge, wenn man die Suspension mit einer derartig heterogenen Pulvermischung in einer Schicht auftragen und in einem Schritt sintern würde. Hierbei würden aufgrund der notwendigen hohen Sintertemperaturen für nur einen Anteil im Pulvergemisch die übrigen, niedrig sinternden Pulveranteile dichtsintern, so daß die Porosität weitgehend verloren ginge.

Sofern der Trägerkörper zugleich auch Bestandteil des Fertigteils ist und dementsprechend die poröse Schicht fest mit diesem verbunden sein soll, ist in einer anderen Ausgestaltung vorgesehen, daß die Suspension auf wenigstens eine der Wandungen eines Trägerkörpers aus sinterfähigem Material aufgebracht, getrocknet und die Grünschlacht anschließend auf den Trägerkörper fest aufgesintert wird. Der Trägerkörper kann hierbei seinerseits ein Sinterformteil, auch ein poröses Sinterformteil mit gröberer Porenstruktur sein. Die Suspension kann wiederum durch Dünnschichtgießen, Sprühen oder Tauchen auf die Oberfläche des Trägerkörpers aufgebracht werden. Die Schicht kann je nach Verwendungszweck auf der Außenwandung und/oder der Innenwandung aufgebracht werden.

Wird der Trägerkörper durch einen rohrförmigen Trägerkörper gebildet, dann ist in Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens vorgesehen, daß beim Auftragen der Suspension und zumindest während eines Teils der Trockenzeit der Trägerkörper um die Rohrachse gedreht wird. Hierdurch ist gewährleistet, daß die Schichtdicke bis zur Verfestigung der Suspension als Grünschlacht auf dem Trägerkörper erhalten bleibt. Hierbei ist es zweckmäßig, insbesondere beim Dünnschichtgießen und beim Sprühen, daß der Suspensionsaustritt zusätzlich zur Rotation gegenüber der Oberfläche definiert bewegt wird.

Als Folien oder als Membran oder auf einen porösen Trägerkörper aufgebrachte poröse Schichten eignen sich insbesondere zur Verwendung als Filtermaterial und bei entsprechender Einstellung der Porosität der porösen Schicht auch als Mikrofilter. Bei undurchlässigen Trägerkörpern kann ein derartiges Bauteil bei entsprechender Zusammensetzung hinsichtlich der verwendeten Pulver und bei entsprechender Porosität auch als Katalysator oder als Membranreaktor, beispielsweise mit Palladium versetzt bzw. beschichtet, eingesetzt werden. Es ist weiterhin auch möglich, die Schicht auch als Friktionswerkstoff zu verwenden, beispielsweise auf Eisenbasis. Eine mögliche Verwendung hierfür wäre die Aufbringung auf eine Reibfläche eines Synchronkörpers für Getriebe.

Die erfindungsgemäße poröse Schicht findet weiterhin

Verwendung in Filterrohren und Filterkerzen, die eine Länge von 10 mm bis 1.500 mm aufweisen können. Auch ist es möglich, hiermit Filterkerzen herzustellen, die eine poröse Beschichtung auf der Stirnseite aufweisen. Weiterhin können Filterkerzen hergestellt werden mit einem angesinterten Flansch, die keine Schweißnaht aufweisen.

Mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es möglich, für Filter die Durchströmbarkkeit bei Reduzierung der filteraktiven Schicht je nach Porosität zu verbessern. Durch die Reduzierung der Dicke der filteraktiven Schicht konnte der Druckverlust bei konstanter Durchströmbarkkeit deutlich gesenkt werden.

Mit dünnen porösen Schichten entsprechend der Erfindung ergeben sich für Gase, beispielsweise Luft, bei einem Differenzdruck von beispielsweise 100 mbar von 1 bis 1500 m<sup>3</sup>/hm<sup>2</sup>. Für Flüssigkeiten, beispielsweise Wasser, ergeben sich bei einem Differenzdruck von beispielsweise 100 mbar Durchflußraten von 0,1 bis 30 m<sup>3</sup>/hm<sup>2</sup>. Der Permeabilitätskoeffizient beträgt etwa  $0,002 \times 10^{-12}$  bis  $3 \times 10^{-12}$  m<sup>2</sup> bei einer Schichtdicke von 50 bis 500 µm, gemessen nach DIN ISO 4022.

Es wurde eine dünne poröse Schicht hergestellt mit einer Dicke von 15 µm. Die Trägerflüssigkeit wurde hergestellt aus Isopropanol, in welchem 1 Gew.-%, bezogen auf die Menge des eingesetzten Pulvers, eines Polyethylenglykols mit einem mittlerem Molekulargewicht von 6.000 g/mol gelöst wurde. Als Pulver wurde ein Inconel-Metallpulver verwendet, welches einen mittleren Durchmesser von etwa 1 µm aufwies. Als Porenbildner wurde Harnstoff verwendet, der einen mittleren Durchmesser von etwa 2 µm aufwies. Die vorstehenden Komponenten wurden 3 h in einem Mischergemisch und anschließend auf eine Kunststoffolie gespritzt. Dabei betrug das Verhältnis des Pulvers zum Porenbildner etwa 1 : 1, ebenso dasjenige von Pulver zu Trägerflüssigkeit. Die Mischung wurde bei Raumtemperatur für 24 h getrocknet und anschließend von der Kunststoffolie abgezogen und für 10 h bei bis zu 950°C im Sinterofen gesintert.

Die dabei erhaltene dünne offenporige Folie wies eine Zugfestigkeit von 284 N/mm<sup>2</sup> auf. Es wies eine sehr gleichmäßige Porenstruktur auf, wobei die Poren einen mittleren Durchmesser von etwa 2 µm aufwiesen. Die Porosität betrug etwa 50%.

#### Patentansprüche

1. Dünne poröse Schicht mit offener Porosität, hergestellt aus einem Gemisch umfassend ein sinterfähiges Pulver mit einer vorgebbaren Größenverteilung der Pulverpartikel, wobei die gesinterte Schicht eine Dicke, die mindestens etwa dem dreifachen mittleren Durchmesser der eingesetzten Pulverpartikel entspricht, einen definierten Porendurchmesser in einem Bereich von etwa 0,01 bis 50 µm und eine Zugfestigkeit in einem Bereich von etwa 5 bis 500 N/mm<sup>2</sup> aufweist.
2. Dünne poröse Schicht nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß diese eine maximale Dicke von etwa 500 µm aufweist.
3. Dünne poröse Schicht nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß sie selbsttragend ist.
4. Dünne poröse Schicht nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß diese einen Bubbelpoint-Druck in einem Bereich von etwa  $8 \times 10^6$  bis  $2 \times 10^7$  Pa aufweist.
5. Dünne poröse Schicht nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Ge-